

# SINTESIS ZEOLIT 4A DARI FLY ASH SAWIT DENGAN VARIASI PERBANDINGAN VOLUME REAKTAN DAN KECEPATAN PENGADUKAN

Yolanda. R\*, Yelmida\*\*, Zahrina\*\*

\*Alumni of Chemical Engineering Riau University

\*\*Chemical Engineering Department, Engineering Faculty

Rudi.Yolanda@yahoo.com

## *Abstract*

*Zeolit defines as Alumina Silika Crystal which have structure 3 dimension that formed by silica and alumina tetrahedral with three voids dimension content with balanced metal load ions of zeolit bone and water molecule that could move freely. Water content in zeolit's cavity at least 10 – 50%. If it hidrated, cations that place in that cavity will be cover by water molecule and have unstabilize or release easily as it property. Zeolit 4A is shynthetic Zeolit which have load as cation exchange is Na. To produce zeolit 4A, we need ratio of  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 / \text{NaAlO}_2 = 1/2$ . Ratio of Si Oxide and Al Oxide in basic material and temperature reaction will be influence type of zeolit that produced. Shyntesys of zeolit 4A with waste material from a process as feed, which is include some procedure: preparation or pretreatment for feed, forming and gel saving, crystalization. Separation, washing and drying. Purpose of this research to get advantage from fly ash as source of silica as feed for zeolit 4A and learn the influnce of ratio of reactan volume (pottasium aluminat and pottasium sillicate) and rate of agitation. Shyntesys of zeolit 4A doing by mix pottasium silicate and poyttasium aluminat with variation of volume at 40:60 and 60:40 ml/ml and rate of agitation at 200, 250, 300, 350 and 400 rpm until it formed as gel. Then the gel will be heated in oven for 8 hours and washed until the pH netral. After washing process, gel will be heated at  $120^\circ\text{C}$  for 3 hours. Synthesize product analyzed with IR Spectroscopy and Xray Difraction. The best result was got in variation volume at 60/40 and rate of agitation at 400 rpm*

**Keywords :** Xray Difraction, Fly ash, Synthesize, IR Spectroscopy, Zeolit 4A

## **I. Pendahuluan**

Zeolit 4A adalah zeolit sintesis yang memiliki muatan penukar kationnya adalah Na. Untuk memperoleh zeolit 4A diperlukan perbandingan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 / \text{NaAlO}_2 = 1-1,5$ . Zeolit 4A mempunyai pori-pori,

komposisi dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sangat efektif dipakai untuk pemisahan dan pemurnian dengan kapasitas besar. Volume pori-pori dapat mencapai  $0,5 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$  volume zeolit. Kadar

maksimum Al dalam zeolit dicapai bila perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini menyebabkan daya penukar ion zeolit maksimum [Sutarti, dkk, 1994].

Zeolit dapat terbentuk secara alamiah maupun melalui proses sintesis. Zeolit yang terbentuk secara alamiah dinamakan dengan Zeolit alam, sedangkan Zeolit yang terbentuk melalui proses sintesis dinamakan Zeolit sintetis. Pada umumnya Zeolit alam memiliki rasio Si/Al rendah, berkisar antara 1-1,5.

Zeolit sintetis dapat diklasifikasikan menjadi tiga jenis berdasarkan rasio Si/Al [Payra *et al*, 2003]. Klasifikasi Zeolit sintetis berdasarkan rasio Si/Al disajikan pada Tabel 1.1.

**Tabel 1.1.** Klasifikasi Zeolit Sintetis Berdasarkan Rasio Si/Al

Kategori	Rasio Si/Al	Contoh Zeolit
Rendah	1-1,5	Zeolit A,X
Sedang	1,5-5	<i>Erionite</i> , <i>Chabazite</i> , <i>Chlinoptilolite</i>
Tinggi	10-100	Silikalit, ZSM-5

Sumber: Payraet *al*, 2003

Lestari [2011] melakukan sintesis Zeolit 4A dengan bahan dasar *fly ash* sawit sebagai sumber silika, *fly ash* sawit berasal dari pembakaran sabut dan cangkang sawit reboiler mempunyai kadar silika 87,6 % [Zahrina, 2010]. Pemanfaatan *fly ash* sawit dengan sumber silika pada sintesis, Zeolit 4A diharapkan dapat meningkatkan nilai ekonomis dari limbah padat *fly ash* dari industri sawit

*Fly ash* merupakan jenis limbah padat dari industri kelapa sawit yang dihasilkan dari pembakaran sabut dan cangkang didalam boiler. Diketahui bahwa *fly ash* sawit memiliki kadar silika sebanyak 87,6% [Zahrina, dkk, 2010] dan silika yang didapat merupakan bahan dasar pada pembuatan sintesis Zeolit 4A.

Kondisi umum yang mempengaruhi produk kristalisasi antara lain nisbah Si/Al, temperatur, derajat keasaman, waktu reaksi, pengadukan dan sifat sumber silika [Simparmin, 1999]. Hal-hal tersebut dapat diuraikan sebagai berikut:

a. Nisbah Si/Al

Zeolit 4A memiliki rasio  $\text{Si/Al} = 1$  dan setiap atom silikon terikat dengan empat atom aluminium melalui atom oksigen, dan sebaliknya.

b. Temperatur

Peningkatan temperatur akan mempercepat laju pembentukan kristal. Dalam sintesis Zeolit 4A, peningkatan temperatur akan mempercepat pembentukan kristal dan ukuran kristal yang didapat.

c. Derajat Keasaman

Peningkatan pH campuran sintesis akan mempercepat laju kristalisasi, namun peningkatan pH lebih jauh akan mengurangi perolehan kristal secara drastis. Tingginya pH akan meningkatkan kelarutan spesies-spesies silikat dan aluminat pada fase gel, sehingga dapat meningkatkan laju pembentukan kristal. Akan tetapi, pH yang terlalu tinggi dapat mengakibatkan kristal yang terbentuk melarut kembali sehingga perolehan kristal akan berkurang.

d. Waktu Reaksi

Zeolit bersifat tidak terlalu stabil dan dapat berubah menjadi struktur

lain jika sintesis dilakukan tidak sesuai dengan waktu yang ditentukan.

e. Pengadukan

Adalah operasi yang menciptakan terjadinya gerakan dari bahan yang diaduk seperti molekul- molekul, zat-zat yang bergerak atau komponennya menyebar (terdispersi).

f. Sifat Sumber Silika

Sumber silika yang banyak memuat monomer silikat akan mengkristal lebih cepat dibanding yang banyak memuat polimer silikat. Laju pelarutan atau depolimerisasi menjadi lambat pada gel yang banyak memuat polimer silikat dan akan berpengaruh pada langkah pertumbuhan kristal. Hal ini menunjukkan bahwa laju kristalisasi juga ditentukan oleh monomer silikat.

## II. Metodologi Penelitian

Alat yang digunakan berupa alat - alat gelas yang biasa ditemukan di laboratorium, *Furnace*, *screen* (200 mesh), oven, timbangan, *Timer* ;untuk mengukur waktu reaksi, labu ukur, gelas piala, gelas ukur, cawan petri, pengaduk mekanik dan lain - lain. Alat untuk analisa hasil sintesis berupa Spektrofotometer Inframerah

dan Difraktometer Sinar-X. Bahan-bahan yang digunakan berupa *fly ash*, NaOH,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  dan aquades.

Variabel yang digunakan pada penelitian ini meliputi variabel tetap dan variabel bebas. Variabel tetap yang akan digunakan adalah perbandingan volume reaktan, waktu pengadukan (3 jam), waktu pemanasan *gel* (8 jam) [Suci, 2011]. Sedangkan variabel bebas yang akan digunakan pada penelitian ini meliputi perbandingan volume antara natrium silikat dengan natrium aluminat (40:60 dan 60:40 mL/mL). Variasi kecepatan pengadukan (200, 250, 300, 350 dan 400 rpm) dimana reaktor dilengkapi dengan baffle (sekat).

Untuk mencapai sasaran yang diinginkan maka penelitian ini dibagi dalam beberapa tahap yaitu :

- a. Preparasi *Fly Ash*
- b. Pembuatan Reaktan

c. Proses Sintesis Zeolit 4A

### III. Hasil dan Pembahasan

#### Pengaruh Perbandingan Kecepatan Pengadukan Dengan Perbandingan Volume Reaktan 40/60.

Hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah pada perbandingan volume Natrium Silikat dengan Natrium Aluminat 40/60 ml dengan kecepatan pengadukan (200, 250, 300, 350, dan 400 rpm).

Dari spektrum inframerah untuk perbandingan volume antara natrium silikat dengan natrium aluminat 40:60 mL/mL dengan kecepatan pengadukan (200, 250, 300, 350, 400 rpm), dapat dihitung rasio Si/Al yaitu rasio pada bilangan gelombang 650-500 / 500-420, untuk menentukan tingkat pembentukan kristal zeolit 4A.

**Tabel 3.1** Rasio Pita Serapan Variasi perbandingan volume reaktan 40/60 mL/mL dengan kecepatan pengadukan.

No.	Perbandingan Kecepatan Pengadukan	Pita Serapan IR				Rasio
		650-500 $\text{cm}^{-1}$	Serapan ( $\log I_0/I$ )	500-420 $\text{cm}^{-1}$	Serapan ( $\log I_0/I$ )	
1.	200	555,5	0,137	460,99	0,145	0,945
2.	250	557,43	0,957	499,41	0,855	1,120
3.	300	522,71	0,240	451,34	0,133	1,802
4.	350	511,14	0,314	511,14	0,314	1,000
5.	400	557,43	0,321	449,41	0,166	1,937

**Pengaruh perbandingan Kecepatan Pengadukan Dengan Perbandingan Volume Reaktan 60/40**

Hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah pada perbandingan volume Natrium Silikat dengan Natrium Aluminat 60/40 ml dengan kecepatan pengadukan (200, 250, 300, 350, 400 rpm)

Dari spektrum inframerah untuk perbandingan volume antara natrium silikat dengan natrium aluminat 60/40 mL/mL dengan kecepatan pengadukan (200, 250, 300, 350, 400 rpm), dapat dihitung rasio Si/Al yaitu rasio pada bilangan gelombang 650-500 / 500-420, untuk menentukan tingkat pembentukan kristal zeolit 4A.

**Tabel 3.2** Rasio Pita Serapan Variasi perbandingan volume reaktan 60/40 mL/mL dengan kecepatan pengadukan

No.	Perbandingan  Kecepatan Pengadukan	Pita Serapan IR				Rasio
		650-500cm <sup>-1</sup>	Serapan (log I <sub>0</sub> /I)	500-420cm <sup>-1</sup>	Serapan (log I <sub>0</sub> /I)	
1.	200	553,57	0,642	462,92	0,389	1,653
2.	250	518,85	0,125	451,34	0,162	0,777
3.	300	557,43	0,118	453,27	0,238	0,496
4.	350	555,5	0,314	460,99	0,208	1,507
5.	400	553,57	0,495	462,92	0,253	1,960

Menurut Imbert (1994), bahwa rasio pita serapan 650-500 cm<sup>-1</sup> dan 500-420 cm<sup>-1</sup> dapat menentukan kristalinitas dari zeolit 4A. Semakin besar nilai rasio serapan yang didapat, berarti semakin besar pula serapan yang terjadi pada daerah bilangan gelombang 650-500 cm<sup>-1</sup>. Hal ini menyatakan banyaknya cincin ganda yang terbentuk dari kerangka zeolit dan semakin besar pula kristalinitas zeolit 4A

Hasil dari karakterisasi secara spektroskopi inframerah, didapat untuk semua variabel mempunyai bilangan gelombang yang mirip dengan bilangan gelombang pada spektrum zeolit 4A standar dari

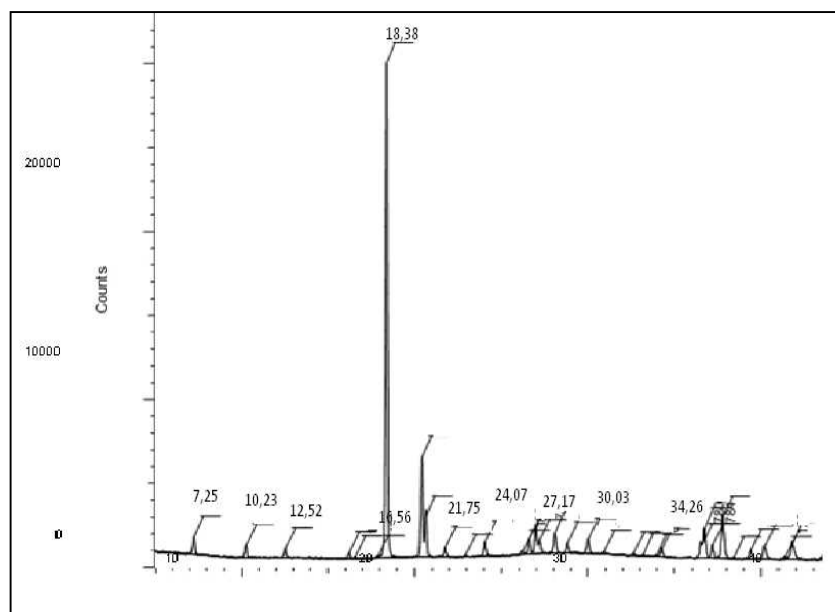
Flanigen (1971). Untuk variasi perbandingan volume reaktan (40:60 dan 60:40 mL/mL) pada kecepatan pengadukan 250 rpm muncul serapan bilangan gelombang 1018,41- 970,19 cm<sup>-1</sup> yang menyatakan adanya rentang asimetris dari ikatan TO<sub>4</sub> tetrahedral, serapan pada bilangan gelombang 499,56 – 416,62 cm<sup>-1</sup> yang menyatakan adanya vibrasi tekuk ikatan TO<sub>4</sub>. Untuk variasi perbandingan volume reaktan (40:60 dan 60:40 mL/mL) pada kecepatan pengadukan 400 rpm muncul serapan bilangan gelombang 1018,41- 999,13 cm<sup>-1</sup> yang menyatakan adanya rentang asimetris dari ikatan TO<sub>4</sub> tetrahedral, serapan pada bilangan

gelombang  $667,37\text{-}663,51\text{ cm}^{-1}$  yang menyatakan adanya rentang simetris, serapan pada bilangan gelombang  $460,99 - 447,49\text{ cm}^{-1}$  yang menyatakan adanya vibrasi tekuk ikatan  $\text{TO}_4$ , tetapi untuk semua perbandingan volume reaktan dan waktu pengadukan yang dilakukan, tidak terlihat adanya pori-pori terbuka dari zeolit yang ditandai dengan bilangan gelombang antara  $410\text{-}300\text{ cm}^{-1}$ . Serapan pada bilangan

gelombang yang mirip ditemukan pada variasi kecepatan pengadukan selama 200, 300 dan 400 rpm.

### **Karakterisasi Menggunakan Difraktometer Sinar X**

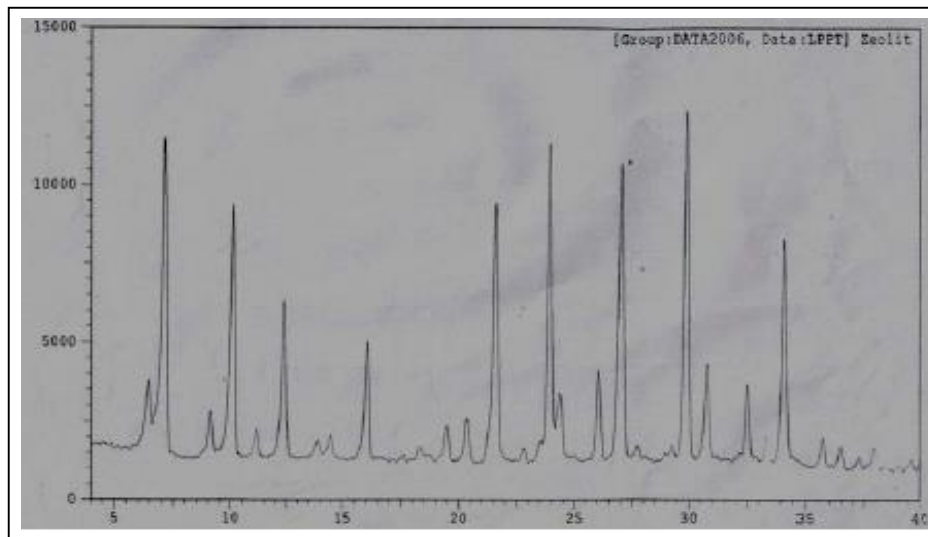
Hasil analisa produk sintesis untuk perbandingan volume natrium aluminat 60:40 ml/ml pada kecepatan pengadukan 400 rpm dengan menggunakan Difraktometer Sinar X, ditunjukkan pada gambar 4.5.



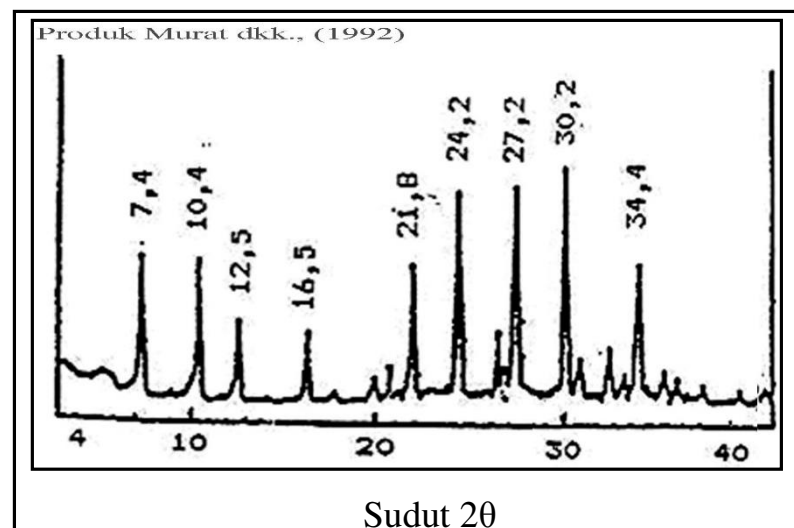
**Gambar 3.1** Pola Difraksi Zeolit Hasil Sintesis Perbandingan Volume Reaktan 60:40 ml/ml pada Kecepatan Pengadukan 400 rpm

Untuk menguji kebenaran hasil sintesis dari penelitian ini maka dilakukan perbandingan pola difraksi zeolit hasil sintesis dengan pola

difraksi zeolit 4A hasil penelitian Akbar dan pola difraksi standar zeolit 4A dari Murat (1992) yang terlihat pada Gambar 3.2 dan 3.3



**Gambar 3.2** Pola Difraksi Zeolit 4A Hasil Penelitian Akbar (2006).



**Gambar 3.3** Pola Difraksi Standar Zeolit 4A dari Murat (1992)

Gambar 3.1 Menggambarkan pola difraksi hasil sintesis pada perbandingan volume reaktan 60:40 ml/ml pada kecepatan pengadukan

400 rpm terdapat 3 puncak tertinggi pada daerah sudut  $2\theta = 24,07$  ;  $27,17$  dan  $30,03$  serta nilai  $d(\text{\AA}) = 3,69$  ;  $3,27$  dan  $2,89$ . Pada gambar 4.6 yaitu



produk zeolit 4A hasil penelitian akbar terlihat munculnya 3 puncak tertinggi pada daerah sudut  $2\theta = 23,9$  ;  $27,0$  ;  $29,9$  dan memberikan harga  $d(\text{\AA}) = 3,716$  ;  $3,297$  dan  $2,988$ . Untuk perbandingan pola difraksi standar zeolit 4A yang didapat oleh Murat (1992) dan Imbert (1994), didapat 3 puncak tertinggi pada daerah sudut  $2\theta = 24,20$  ;  $27,20$  ; dan  $30,20$ , serta nilai  $d(\text{\AA}) = 3,71$  ;  $3,28$  ; dan  $2,99$ .

Perbedaan pola difraksi antara produk hasil sintesis dengan pola di fraksi produk zeolit 4A hasil penelitian Akbar (2006) dan zeolit 4A standar oleh Murat (1992) dan Imbert (1994) terdapat pada sudut  $2\theta = 19,6$ . Terdapat perbedaan jauh antara nilai difraksi hasil sintesis dengan pola difraksi standar. Nilai sudut  $2\theta = 19,6$  pada hasil sintesis merupakan unsur yang belum teridentifikasi, namun produk hasil sintesis masih memiliki karakteristik zeolit 4A.

Pola difraksi produk hasil sintesis menunjukkan bahwa produk hasil sintesis merupakan zeolit 4A karena terdapat 3 puncak tertinggi yang memiliki pola difraksi yang mirip dengan pola difraksi oleh Murat (1992) dan Imbert (1994), walaupun

masih terdapat unsur yang belum teridentifikasi pada pola difraksi produk hasil sintesis, hal ini karena menurut hasil studi yang dilakukan terhadap sintesis zeolit menunjukkan bahwa tidak adanya batasan-batasan fasa yang tegas pada produk sintesis, melainkan hanya menunjukkan daerah yang umum dimana berbagai fasa terbentuk (Mustain, 1997).

#### **IV. Kesimpulan dan Saran**

##### **Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan yaitu:

- a. Fly ash merupakan sumber silika yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan sadar sintesis zeolit 4A
- b. Hasil karakterisasi secara spektrofotometer inframerah dan difraktrometer sinar X, menyatakan bahwa perbandingan volume reaktan (natrium silikat dan natrium aluminat) 60/40 dan kecepatan pengadukan 400 rpm merupakan kondisi terbaik pada sintesis zeolit 4A
- c. Produk hasil sintesis merupakan zeolit 4A yang belum murni.

## Saran

- a. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai sintesis zeolit 4A yang berasal dari *fly ash* sawit yang merupakan sumber silika agar dapat dilakukan untuk skala yang lebih besar.
- b. Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan perhitungan perbandingan mol Si/Al nya sama dengan satu karena zeolit 4A merupakan jenis zeolit *low silicate*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Akbar, F., 1996, "Sintesis dan Karakterisasi Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu Layang", *Tesis*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Akbar, F., Yelmida., Zultiniar 2006, "Sintesis Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu Sabut Kelapa Sawit", Seminar Nasional Teknik Kimia.
- Baodong, Wang. 2007. *Zeolite Deactivation During Hydrocarbon Reaction: Characterisation of Coke Precursors and Acidity, Product Distribution*. London: University College London.
- Bekkum, H.V., Flanigen E.M. dan Jansen J.C, (Eds) 1991, "Introduction to Zeolite Science and Practice", *Stud. Sur. Sci. Catal.*, Netherlands: Elsevier, **58**.
- y, H.R. 2007. Potensi dan pemanfaatan zeolit di Provinsi Jawa Barat dan Banten. [www.dim.esdm.go.id](http://www.dim.esdm.go.id). (14 Agustus 2008).
- Hamdan, H., 1992, "Introduction to Zeolite: Synthesis, Characterisation and modification", University Technology Malaysia.
- Kurniawan, 2011. "Teori Dasar Teknik Kimia dan Teori Ilmu Teknik Kimia". Bandung. 2011,
- Lestari, 2011 "Sintesis Zeolit 4A dari Fly Ash Sawit: Variasi Perbandingan Massadan Kecepatan Pengadukan", *Laporan Penelitian*, UNRI, Pekanbaru.
- Thamzil., 2005, "Potensi Zeolit untuk Mengolah Limbah Industri dan Radioaktif" P2PLR BATAN, Banten.
- Payra P., dan Dutta PK., 2003, *Zeolites: A Primer*, The Ohio State University: Ohio
- Saputra, R., 2006, "Pemanfaatan Zeolit Sintetis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri" *Jurnal Hibah Bersaing*, Jakarta.
- Simparkin, 1999, "Konversi Zeolit Alam Bayah yang Banyak Mengandung Clinoptilolit Menjadi ZSM-5", *Thesis Magister*, ITB, Bandung.
- Soemargono, Sehfilda, I., dan Saputro A.A., 2008, Kajian Logam Krom dari Limbah Industri Elektroplating Menggunakan Resin Dowex SBR-P, *Jurnal Rekayasa Perencanaan*, 6, 2
- Suci, 2011, "Sintesis Zeolit 4A dari Fly Ash Sawit: Variasi Lama

- Pengadukan dan Waktu Pemanasan”, *Laporan Penelitian*, UNRI, Pekanbaru.
- Susanto, H dan Budhi, W., 1998, ”Pemanfaatan Tandan Kosong Sawit Sebagai Sumber Energi Alternatif Melalui Proses Gasifikasi”, *Prosiding Pertemuan Teknis kelapa sawit*, Medan, 41 – 53.
- Susetyaningsih, R., Kismolo, E., dan Prayitno, Karakterisasi Zeolit Alam Pada Reduksi Kadar Chrom dalam Limbah Cair, *Seminar Nasional V SDM Nuklir*
- Sutarti, M. dan Minta Rachmawati, 1994,”Zeolit, Tinjauan Literatur”, LIPI.
- Williams, J.D., Huck, B.E., dan Wilkinson, A.P., 2002, First-Year Undergraduate Laboratory Experiments with Zeolites, *Chem. Educator*, 7: 33-36
- Zahrina, I., 2007, Pemanfaatan Abu Sabut dan Cangkang Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis ZSM-5 dari Zeolit Alam, *Jurnal Sains dan Teknologi*, 6(2), 2.